

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-036095

(43)Date of publication of application : 17.02.1987

(51)Int. Cl.

C30B 11/00

C30B 29/54

(21)Application number : 60-173431

(71)Applicant : NEC CORP

(22)Date of filing : 06.08.1985

(72)Inventor : SAOTOME YASUSHI
ONISHI YOSHITAKE

(54) FORMATION OF ORGANIC THIN FILM CRYSTAL

(57)Abstract:

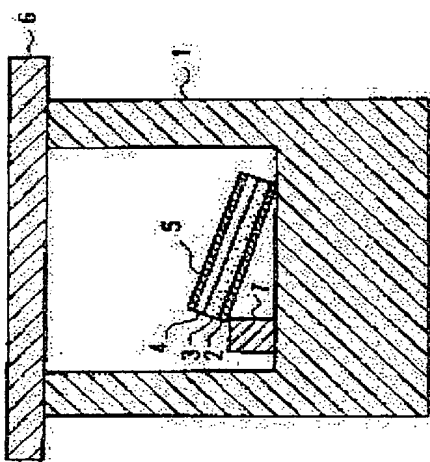
PURPOSE: To obtain the titled org. thin film crystal on a polymeric film by providing a temp. gradient in one direction in the plane of the polymeric film and growing a crystal with the org. crystal dispersed in the film as the seed crystal.

CONSTITUTION: A soln. of a thin film-formable high polymer (A) such as PS and an org. substance (B) such as

2-hydroxy-4-methoxybenzylidene-4'-bromoaniline in 1,4-dioxane is spin-coated, for example, on an about 0.15mm- thick glass sheet 2 and dried to obtain a PS film 3 wherein the crystallites of the component (B) are dispersed. The glass sheet 2 coated with the film 3 is placed in an m.p. block 1 and inclined by a plastic spacer 7 so that the one side of the sheet 2 is brought into direct-contact with the block 1,

then

2-hydroxy-4-methoxybenzylidene-4'-butylaniline 4 (C) is placed thereon, the block 1 is heated and kept at 50°C, a glass sheet 5 is placed thereon, the laminate is cooled to 32°C at the rate of 0.5°C/min and the thin film single crystal 4 of the component (C) is grown between the film 3 and the glass sheet 5.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

T S4/5/1

4/5/1

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI

(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

007084073

WPI Acc No: 1987-084070/198712

XRAM Acc No: C87-035193

**Organic thin membrane crystal mfr. - using organic seed crystals
dispersed in macromolecular membrane with temp. gradient**

Patent Assignee: NEC CORP (NIDE)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 62036095	A	19870217	JP 85173431	A	19850806	198712 B
JP 94031190	B2	19940427	JP 85173431	A	19850806	199415

Priority Applications (No Type Date): JP 85173431 A 19850806

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
-----------	------	-----	----	----------	--------------

JP 62036095	A		3		
-------------	---	--	---	--	--

JP 94031190	B2		3	C30B-011/00	Based on patent JP 62036095
-------------	----	--	---	-------------	-----------------------------

Abstract (Basic): JP 62036095 A

Organic substance is crystallised in thin membranes on the membrane. Inside the macromolecular membrane a temp. gradient is provided in a certain direction and the crystal is grown along this direction.

USE - Due to the temp. gradient the growth of the single crystal starts on the seed crystal that reaches growth commencing temp. first. Once growth starts, crystallisation proceeds according to the temp. curve. Speed of homo-epitaxial growth is faster than hetero-epitaxial growth (growth from seed crystal) so that a single crystal is obtd..

0/1

Title Terms: ORGANIC; THIN; MEMBRANE; CRYSTAL; MANUFACTURE; ORGANIC; SEED; CRYSTAL; DISPERSE; MACROMOLECULAR; MEMBRANE; TEMPERATURE; GRADIENT

Derwent Class: J04

International Patent Class (Main): C30B-011/00

International Patent Class (Additional): C30B-001/06; C30B-029/54

File Segment: CPI

?

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-36095

⑮ Int.Cl.⁴C 30 B 11/00
29/54

識別記号

庁内整理番号

8518-4G
8518-4G

④ 公開 昭和62年(1987)2月17日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 有機薄膜結晶の作成方法

⑰ 特 願 昭60-173431

⑱ 出 願 昭60(1985)8月6日

⑲ 発 明 者 五 月 女 靖 東京都港区芝5丁目33番1号 日本電気株式会社内
⑲ 発 明 者 大 西 良 武 東京都港区芝5丁目33番1号 日本電気株式会社内
⑲ 出 願 人 日 本 電 気 株 式 有 限 公 司 東京都港区芝5丁目33番1号
⑲ 代 理 人 弁 理 士 内 原 晋

明 細 書

発明の名称 有機薄膜結晶の作成方法

特許請求の範囲

高分子膜中に分散した有機結晶を種結晶としてその膜上で有機物を薄膜状に結晶化させる有機薄膜結晶の作成方法において、高分子膜の面内のある方向に温度勾配をつけ、かかる方向に結晶成長させることを特徴とする有機薄膜結晶の作成方法。

発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は有機薄膜結晶の作成方法に関するものである。

(従来の技術)

有機物結晶の作成方法として、気相からの結晶成長、溶液からの結晶成長、熔融状態からの結晶成長の3種が用いられている。

(この3種の結晶成長方法については、丸善刊、

新実験化学講座、第1巻、基本操作Ⅱ、PP.639-750. によくまとめられている。)

(発明が解決しようとする問題点)

しかしながら、有機薄膜結晶の作成はこれまでほとんど検討されたことがなく、その報告も高分子化合物の結晶に限られている。(例えば、泉の総合報告(日本結晶成長学会誌、第11巻、PP.117-134,1984年)には、ポリエチレン薄膜結晶やポリアセチレン薄膜結晶の例が述べられている。)高分子化合物ではない有機薄膜単結晶の作成方法には適当なものがないという現状である。

本発明の目的は、高分子膜上に有機薄膜単結晶を作成する方法を提供することにある。

(問題点を解決するための手段)

本発明によれば、高分子膜中に分散した有機結晶を種結晶として、その膜上で有機物を薄膜状に結晶化させる有機薄膜結晶の作成方法において、高分子膜の面内のある方向に温度勾配をつけ、かかる方向に結晶成長させることを特徴とする有機薄膜結晶の作成方法が得られる。

本発明で用いる高分子膜素材は薄膜形成能があれば何でも良い。一例としては、ポリスチレン、ポリ塩化ビニル等があげられる。本発明で用いる種結晶となる化合物は、高分子膜中に結晶として分散でき、かつ目的とする化合物の結晶成長を引き起こし得る化合物であれば何でも良い。本発明の種結晶を含む高分子膜の面内方向の温度勾配はいかなる方法によって持たせても良いが、面内のある方向のみに勾配が得られなくてはならない。一例としては、基板の一边のみを熱源に接触させる方法や、温度勾配を持った液体や気体中に基板を設置する方法があげられる。温度勾配の大きさやその絶対温度は種結晶と結晶成長させる化合物の組み合わせによって決まるが、温度勾配が少なすぎると、種結晶が膜全体に存在するために多結晶化する場合があるため注意して設定する必要がある。かかる高分子膜の面内のある方向に温度勾配を持たせる際に、面と垂直な方向に勾配を生じても差し支えない。

(作 用)

MS4BrA 微結晶が膜中に分散したポリスチレン膜 3 が、前記ガラス板 2 上に得られた。

以下の結晶成長実験には融点ブロック 1 を熱源として用いた。膜 3 を塗布した前記ガラス板を一边のみが直接融点ブロックに接触する様にプラスチック製のスペーサ 7 を用いて傾斜させて静置し 2.0 mm の 2-ヒドロキシ-4-メトキシベンジリデン-4'-ブチルアニリン 4 (以下、MS4BuA と略す) をのせ、融点ブロック 1 を 50℃ まで加熱して液晶状態にした。50℃ に保ったまま、その上に何も塗布していないガラス板 5 をのせて、毎分およそ 0.5℃ の速度で 32℃ まで冷却した。32℃ で 10 分間ほど静置すると MS4BuA の薄膜単結晶 4 が、膜 3 と、上にのせたガラス板 5 の間に得られた。顕微鏡観察によると、結晶成長は融点ブロック 1 と接触している辺の対向辺から開始し、融点ブロック 1 と接触している辺に向かって進行していき、複数の細長い単結晶を与えることがわかる。

なお、膜 3 上に成長した有機薄膜結晶の結晶-

一般に単結晶を種結晶から成長させる場合、種結晶は 1 個である必要がある。複数の種結晶があると、それぞれから成長が始まり単結晶となることはない。

しかしながら本発明においては、複数の種結晶があるにもかかわらず、温度勾配がついているために、最も早く成長開始温度に達した種結晶のみから成長が起こる。一旦成長が始まると、温度勾配に応じて結晶化が進行し、かつ種結晶からの成長(ヘテロエピタキシャル成長)よりも、成長した結晶がさらに成長(ホモエピタキシャル成長)する方が速いため、単結晶が得られる。

(実施例)

第 1 図は本発明の実施例を示す模式図である。

18mm×18mm のガラス板 2、(厚さ約 0.15mm)に、分子量 60 万のポリスチレン(0.50g)および 2-ヒドロキシ-4-メトキシベンジリデン-4'-ブチルアニリン(以下、MS4BrA と略す)(0.20g)を溶解した 1,4-ジオキサン(13.0g)溶液を 5000 rpm でスピン塗布した。80℃ で 1 時間乾燥して

液晶転移温度は、36.5℃ であり、この薄膜は 365 nm の紫外光照射で赤変する。また、ガラス板 2 の 1 辺を接触させる方法の他に、ガラス板 2 の角の 1 点を接触させて同様の実験を行なっても単結晶が作成できた。

さらに、膜 3 上で、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンジリデン-4'-ヘプチルアニリン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンジリデン-4'-オクチルアニリン等サリチリデンアニリン類の薄膜結晶も同様な方法で作成できた。結晶成長時に上からのせるガラス板 5 は必ずしも必要でなく、ガラス板 5 なしでも薄膜結晶は作成可能であった。しかしながら、均一な膜厚を得るためには、ガラス板には限らないが、何らかのおおいがある事が望ましい。

参考例として、前述の薄膜結晶作成を、高分子膜を塗布したガラス板を融点ブロックに密着させて行なったところ、結晶成長が複数の点から起こり、全体が薄膜単結晶となることはなかった。よって本発明の温度勾配は、全体を単結晶化させる

ために有効であることが明らかである。

(発明の効果)

本発明によって、有機薄膜単結晶を高分子膜上に作成する方法が得られた。本実施例では、高分子膜中に分散させた種結晶と、成長し薄膜結晶となる化合物は異なるが、同一の化合物であっても差し支えない。また、高分子膜素材もポリスチレンに限られるものではなく、その塗布法もスピン塗布のみではなく、キャスト法、界面製膜法等も使用できる。さらに必ずしもガラス板上に固定されている必要はない。

図面の簡単な説明

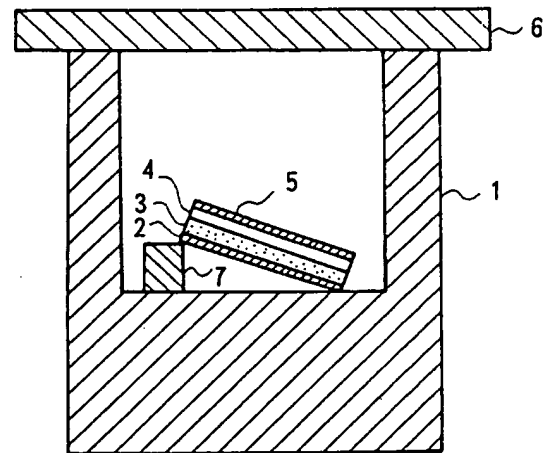
第 1 図は、本発明の実施例を示した図である。

図において、

1 は温度制御可能な熱源、2 はガラス板、3 は種結晶の分散した高分子フィルム、4 は被結晶化層 (例えば液晶)、5 はガラス板によるおおい、6 は全体のカバー、7 はプラスチック製のスペーサをそれぞれ示す。

代理人 弁理士 内 原 晋

第 1 図



- 1 : 融点ブロック
- 2 : ガラス板
- 3 : 種結晶の分散した高分子フィルム
- 4 : 被結晶化層
- 5 : おおい (ガラス板)
- 6 : 全体のカバー
- 7 : プラスチック製スペーサ